# OPTICAL LENS WITH THREE-LAYER ANTI-REFLECTION COATING

Patent Number:

JP79029380

**Publication Date:** 

1979-03-05

Inventor(s):

MCCORMICK, H.E.

Applicant(s):

**CANON KK** 

Requested Patent:

□ JP79029380

Application Number:

JP 7032184 19700415

Priority Number(s):

IPC Classification:

B29D 7/24b

EC Classification:

Equivalents:

### **ABSTRACT**

PURPOSE: Coated optical lens comprises (1) lens of optical glass having refractive index Ns of 1.45-1.60; (ii) first coating layer with thickness of lambda s/4 formed by vacuum deposition of <u>yttrium aluminum garnet</u>, (iii) second coating layer with thickness of lambda s/2 formed by vacuum deposition of ZrO2 or TiO2, and (iv) third coating layer with thickness of lambda s/4 formed by vacuum deposition of MgF2.n21 is approx. nsn23. (lambda s is wavelength of standard light; n1 and n3 are the refractive indices of (ii) and (iv), respectively). In comparison with conventional first layer coating material such as CeF3, Al2O3, ThO2, etc. the coating obtd. from Y-Al garnet is non-radioactive and highly stable to heat, and has ideal refractive index value (1.83) for satisfying n21 is approx. nsn23.

Data supplied from the esp@cenet database |2

Slass / YAG

## 迎日本国特許庁

# 公開特許公報

⑪特許出願公開

昭54—29380

(5)Int. Cl.<sup>2</sup> B 29 D 7/24 //

B 32 B 15/08

識別記号

**10** 日本分類 **25**(5) **K** 4 **25**(9) A 3

庁内整理番号 7327-4F 6681-4F 43公開 昭和54年(1979)3月5日

発明の数 1 審査請求 未請求

(全 3 頁)

ᡚ複合シートの製造方法

②特

願 昭52-95465

20出

願 昭52(1977)8月9日

⑩発 明 者 前田正彦

東京都目黒区目黒本町1-16-

13-211

同

佐藤和典

町田市つくし野 4-28-13

**加発 明 者 荒尾弘一** 

横浜市磯子区岡村町泉谷1452-

58

同 上村修

横浜市緑区三保町2179-2834号

⑪出 願 人 昭和電工株式会社

東京都港区芝大門一丁目13番9

号

邳代 理 人 弁理士 鈴江武彦

外2名

明 細 書

1.発明の名称

複合シートの製造方法

2.特許請求の範囲

可提性の網の片面もしくは両面にプラスチックフィルムを積層してなる複合シートを製造してなる複合シートを製造みるにあたり、展伸性の板状体に多数個の切込みを入れ、この板状体の両面または片面にプラスチックフィルムを貼合せたのち、この積層体を前記切込み方向とほぼ直角方向に延伸処理することを特徴とする複合シートの製造方法。

3.発明の詳細な説明

この発明はプラスチックフイルムを金納等の 網体で補強した複合シートを得るための、製造 方法の改良に関する。

周知の如く、各権のプラスチックフィルムが 一般用シート、農業用被 優材、重包装用資材と して広く普及している。

しかし、 農業用被模材として用いる場合はフ レームなどの設置が必要となり、また重包装分 野では強度が不足するケースが生じている。

とのような問題点を改善するため、最近、金組等の両面にプラスチックフィルムを称層した 補強フィルムが開発されている。

その製造方法は、金網等を加熱したのち、その両面にプラステックフィルムを熱圧滑するものである。

しかし、網体にプラスチックフィルムを熱圧 着するときは、網目の交叉部における凹凸部分が十分に熱圧着されない問題があつて、そのために期待された程の強度が得られず、金網とフィルムとの間に制離が生じ易い。

とりした実用性の点から、前配の補強フイル ムは市販される迄には至つていない現状である。

この発明者らは前記補強フイルムの製造方法 の改良に努めた結果、強度や剝離性の問題点を 解消するとともに、生産性等も著しく改善され た複合シートの製造方法を開発したものである。

すなわち、この発明は金網など可携性の網の 片面もしくは両面にプラスチックフィルムを積

特別昭54-29380(2)

ドレースを複合シートを製造するにあたり、展伸性の板状体に多数個の切込みを入れ、この板状体の両面または片面にプラステックフィルムを貼合せたのち、この積層体を上配切込み方向とほぼ直角方向に延伸処理することを、特徴とする。

以下、との発明を一実施例に基づいて図面を参照しながら説明する。

第1図において、1はロール2から引出された可提性と展伸性を有する板材で、たとえば厚さ0.2~0.5 ■程度のアルミニウム板である。ロール2から引出された板材1は金刃2で切込み4が散けられる。これは第2図に示すよりに、板材1の進行方向に直角もしくはそれに近い方向に多数個類み込まれ、個々の切込み4の長さは板材1の材質にもよるが通常1~前後に設定される。

切込み 4 を入れた板材 1 は、遠赤外線ヒータ 等の加熱器 5 により適当な温度に干熱されてか ら、プラステックフイルムとの熱圧着工程に導 入される。 この熱圧着工程では熱可塑性のプラスチックフィルム 6 。 6'をガイドロール 7 。 7'を経て前配板材 1 の両面に送り込み、圧着ロール 8 , 8'の間で板材 1 を中に挟んでプラスチックフィルム 6 。 6'を熱圧着する。 こうして得られた複合シート 9 はつぎに延伸工程に送られ、ニップロール 1 0 。 1 0'とニップロール 1 1 。 1 1'の間で延伸処理される。

すなわち、この区間においてニップロール
11・11'の回転速度をニップロール10・
10'よりも延伸倍率だけ速くしてやると、 複合シートのは進行方向に延伸され、 その中の板材1は切込み 4 が網目に拡がつてエキスペント 総 1 \*\* に形成されるとともに、 プラスチックフィルム 6 ・ 6'も同時に延伸される。 この場合名 網目において切込み 4 の長さの光程度が進行方向の最大拡かりとなるように設定するのが、 好ましい。

また、圧着ロール6。6'を加熱したり、引伸

区間で複合シート9を進赤外線と一多等で加熱 したりすることは、プラスチックフィルム6・ 6'の延伸を容易にする上で有効である。

かくして延伸工程を終えると、第3図に示すようにエキスペンド網1 B の両面がプラスチックフィルム 6 , 6'で熱圧着された複合シートを得ることができる。

上述した方法によれば、プラスチックシートの無圧者およびそれに先立つ予熱処理が、 これまでの金納に対するのとは進つて平滑な板材に対して行なわれるため、延伸工程を終えたは合シートは、強度の大きい、 剝離の心配がない、 コのが得られる。 そして、 工程が簡略化され、 コストも安くなり、 製造速度も大にすることが可能である。

 も使用できる。

最も好ましいのは実施例に述べたアルミニウム板材で、板厚も0.2~0.5 mm の範囲が好まし

また、板材に熱圧着させるプラスチックシートの材質は無可塑性合成樹脂であれば全て使用可能であり、主な例を挙げると、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ塩化ビニル、エチレン - 酢ビ共重合体などがある。

なかでも厚さが10~300×の、透明もしくは不透明な熱可塑性合成樹脂フイルムが好ま

熱圧 形工程では、 板材の 両面に アラスチック シートを 紙層 するかわりに、 板材の片面に アラ スチックシートを圧着させることができる。

ただし、熱圧滑は、この発明では切込みを入れた板材とプラステックシートとを貼合せる一手段として採用されるもので、熱圧着のほかにもフィルムの辞着を利用する押出ラミネート法、接着削益布法などがあり、貼合せ手段は強いて

特別昭54-23380(3)

制約を受けない。熱圧着の後は道ちに延伸工程 に入ることが好ましいが、延伸時に板材とプラ スチックフイルムとの接合節に剝離が生じない 程度に、いつたん冷却した方がよい。

が伸品度は貼り合わされたフイルムの種類により異なり、たとえばポリエチレンでは 60~100℃、ポリプロピレンでは 80~120℃が好ましい。

得られる製品の複合シートの浮さについては 用途によりけりで、被灸用としては 0.5 mm 前後 が好ましい。

なお、との発明の実施に応し、前配の貼合せ 手段の如何によつては第1図のフローシートに 適宜変更が加えられることは、智りまでもない。

以上で明らかなように、この発明の後台シートの製造方法は、 放終的には金輪などの制体で補強されたプラスチックシートを提供するものであるが、初めから純体を使用するのではなく、 板状体に切込みを多数個入れ、その両面または 片面にプラスチックフイルムを貼り合せたのち、 延伸処理を施して上記板状体を網体に成形する ものであり、従来方法と違つて強度のすぐれた 複合シートが得られ、工程が簡略化され、 製造 コストを低減でき、かつ製造速度を高めること が可能となる。

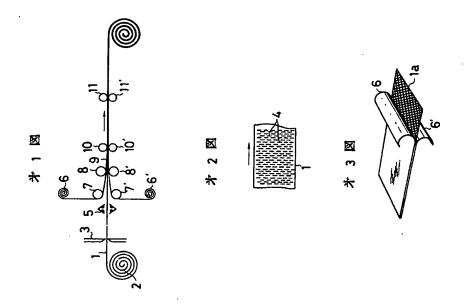
したがつて、との発明は、たとえば農業用被 度材、重包装用資材としてすぐれた性能を有す る複合シートを、高い生産性の下で提供すると とができる。

#### 4.図面の簡単な説明

第1図はこの発明の一実施例で採用される複合シート製造方法のフローシートである。

第2図は上記複合シートの補強材としての板材を示す平面図、第3図は上記実施例によって得られる複合シートの斜視図である。

1 … 板材、1 a … エキスペンド網、3 … 金刃、4 … 切込み、5 … 加熱器、6 。6'… プラスチックフイルム、8 。8'… 圧着ロール、9 … 複合シート(延伸処理前)、1 0 。1 0'。1 1 。1 1' … 延伸用ニップロール。



Yttrium aluminum garnet (YAG) films through a precursor plasma spraying technique. Parukuttyamma, Sujatha D.; Margolis, Joshua; Liu, Haiming; Grey, Clare P.; Sampath, Sanjay; Herman, Herbert; Parise, John B. Center for Thermal Spray Research, Department of Materials Science and Engineering, Department of Chemistry, State University of New York, Stony Brook, NY, USA. J. Am. Ceram. Soc. (2001), 84(8), 1906-1908. CODEN: JACTAW ISSN: 0002-7820. Journal written in English.

ABSTRACT Coatings of yttrium aluminum garnet (Y3Al5O12, YAG), which is a promising high-temp. ceramic, were developed for the first time using a novel precursor plasma spraying (PPS) technique. The precursor sol was sprayed using a radio-frequency induction plasma technique. X-ray diffraction anal. of the as-sprayed coatings confirmed that a metastable hexagonal yttrium aluminate (H-YAlO3) was the major phase. The above-described specimen, on further treatment with plasma, was converted to cubic garnet (YAG) as the major phase, with a minor amt. of orthorhombic YAlO3 (O-YAP) phase. 27Al magic-angle spinning NMR of the YAG coating corroborated the X-ray results and confirmed the presence of YAG and O-YAP phases. Formation of the garnet phase through the PPS technique is proof that the chem. can be controlled in the plasma. This finding opens up new avenues for developing complex functional oxide deposits.

Cited Reference Attorney Docket No. 035-0004 Zagorin, O'Brien & Graham, L.L.P.

Sputter-deposited yttria-alumina thin films for optical waveguiding

Stadler BJH, Oliver M

JOURNAL OF APPLIED PHYSICS

84 (1): 93-99 JUL 1 1998

Document type: Article

Language: English

ABSTRACT Yttria-alumina: planar waveguides were fabricated by reactive codeposition from yttrium and aluminum targets. These waveguides were verified to be amorphous with yttria contents as high as 23.4% by x-ray diffraction, both conventional and glancing angle, and by transmission electron microscopy. Above 41.8% yttria, the waveguides had mixed crystallinity and contained microcrystallites (0.5-0.9 nm) dispersed throughout an amorphous matrix. These microstructures appeared to be unaffected by the oxygen content in the sputtering gas, The index of refraction was found to increase strongly as a function of yttria content, but remain constant with oxygen content. Although the waveguides had wide transmission windows, the infrared edges were observed to shift with composition toward the values of the end member edges of 11 (alumina) to greater than or equal to 15 mu m (yttria). In general, the waveguides had optical losses of 10-20 dB/cm. However, films with compositions roughly equivalent to that of yttrium iron garnet had lower losses (1-5 dB/cm). These losses are the lowest reported to date for yttria-alumina waveguides, and combined with the extended infrared transparencies, make these films very promising hosts for waveguide amplifiers.

Film synthesis of Y3Al5O12 and Y3Fe5O12 by the spray-inductively coupled plasma technique. Mizoguchi, Yoshihito; Kagawa, Masahiro; Syono, Yasuhiko; Hirai, Toshio. Institute for Materials Research, Tohoku University, Sendai, Japan. J. Am. Ceram. Soc. (2001), 84(3), 651-653. CODEN: JACTAW ISSN: 0002-7820. Journal written in English.

ABSTRACT Thin films of yttrium aluminum garnet (YAG, Y3Al5O12) and yttrium iron garnet (YIG, Y3Fe5O12) were synthesized on single-crystal Al2O3 substrates by a modification of spray pyrolysis using a high-temp. inductively coupled plasma at atm. pressure (spray-ICP technique). Using this technique, films could be grown at faster rates (0.12 μm/min for YAG and 0.10 μm/min for YIG) than using chem. vapor deposition (0.005-0.008 μm/min for YAG) or sputtering (0.003-0.005 μm/min for YIG). The films were dense and revealed a preferred orientation of (211). The growth of YIG was accompanied by copptn. of α-Fe2O3. The copptn., however, could be largely suppressed by preliminary formation of a Y2O3 layer on the substrate.

. . . . .

Non-equilibrium phase synthesis in Al2O3-Y2O3 by spray pyrolysis of nitrate precursors. Ullal, C. K.; Balasubramaniam, K. R.; Gandhi, A. S.; Jayaram, V. Department of Metallurgy, Indian Institute of Science, Bangalore, India. Acta Mater. (2001), 49(14), 2691-2699. CODEN: ACMAFD ISSN: 1359-6454. Journal written in English.

ABSTRACT The phase evolution in the Al2O3-Y2O3 system has been studied for 4, 10, 15 and 37.5% Y2O3 amorphous powders prepared by spray pyrolysis of nitrate precursor solns. Two distinct metastable transformation sequences were identified for the amorphous powders upon heat treatment. Crystn. accompanied by partitioning leads to a mixt. of hexagonal YAlO3 and γ-Al2O3 (spinel structure). Partitionless crystn., on the other hand, leads directly to a γ-Al2O3 solid soln. in dil. alloys, and garnet at temps. as low as 800°C in the stoichiometric compn. provided segregation is avoided during decompn. Further heat treatment of a yttria-supersatd. γ-Al2O3 leads to the pptn. of the orthorhombic YAlO3 that is stable up to temps. as high as 1600°C, while hexagonal YAlO3 converts to garnet, Y3Al5O12. A rationalization of the phase evolution sequence was attempted on the basis of kinetic considerations, cation coordination and semi-quant. free energy-compn. curves for the various competing phases.

Comparison of solid-state and spray-pyrolysis synthesis of yttrium aluminate powders. Nyman, May; Caruso, James; Hampden-Smith, Mark J. Dep. Chem. Center Micro-Engineered Ceramics, Univ. New Mexico, Albuquerque, NM, USA. J. Am. Ceram. Soc. (1997), 80(5), 1231-1238. CODEN: JACTAW ISSN: 0002-7820. Journal written in English.

ABSTRACT: The influence of precursor characteristics and synthesis conditions on the formation of yttrium aluminum garnet, Y3Al5Ol2 (YAG), was investigated using "single-source" precursors (cohydrolyzed yttrium and aluminum alkoxides and yttrium aluminum glycolates) and "multiple-source" precursors (mixts. of metal nitrates and mixts. of sep. hydrolyzed yttrium and aluminum alkoxides). Phasepure YAG was formed only in the solid-state thermal decompn. expts. The lack of formation of YAG in all the spray-pyrolysis expts. was ascribed to the short heating times and fast heating rates, which resulted in the formation of kinetic products. In the case of the metal nitrates, an addnl. factor that influenced product formation was the difference in thermal reactivity of the precursors. It was concluded that the formation of complex metal oxide materials by conventional or aerosol routes is not necessarily achieved by the use of a chem. homogeneous precursor, such as a single-source precursor. It also was necessary to ensure that the precursors and intermediates have similar thermal decompn. temps. to avoid phase segregation in the initial stages of thermal decompn.

Gas-phase synthesis of ultrafine particles and thin films of yttrium-aluminum oxide by the spray-ICP technique. Kagawa, M.; Suzuki, M.; Mizoguchi, Y.; Hirai, T.; Syono, Y. Inst. Mater. Res., Tohoku Univ., Sendai, Japan. J. Aerosol Sci. (1993), 24(3), 349-55. CODEN: JALSB7 ISSN: 0021-8502. Journal written in English.

### **ABSTRACT**

Powders and thin films of Y-Al-O were synthesized by introducing atomized solns. of Y and Al chlorides or nitrates into an argon inductively coupled plasma at high temps. above 5000 K (the spray-ICP technique). The powders consisted of spherical fine particles of 10-50 nm diam., and were mixts. of amorphous and cryst. material whose phase varied from Y4Al2O9 to hexagonal (h-) YAlO3 depending on the metal ratio of Y:Al in the precursor solns. No garnet type Y3Al5O12 was formed even when the Al to Y ratio in the soln. was increased past the garnet compn. Films were prepd. on single-crystal sapphire surfaces having no background reflection peaks in x-ray diffraction. The films had fine columnar structures, and exhibited a (001) orientation of h-YAlO3 in the Al-rich region above Y:A = 1:1 in molar ratio. Particle formation occurred by the condensation of oxides from the gas phase formed by the evapn. and reaction of metal salts. H-YAlO3 was formed as a stable intermediate compd. in the deposition process.

Plasma-sprayed alumina-yttria ceramic coatings for cavitation-erosion protection. Kim, Hee Jae. Dep. Ordnance Eng., Korea Mil. Acad., S. Korea. Han'guk Pusik Hakhoechi (1989), 18(3), 139-46. CODEN: HPHADI ISSN: 0253-312X. Journal written in English.

### **ABSTRACT**

Al2O3-Y2O3 composite powders were plasma sprayed on C steel plates. Microstructures of the sprayed coatings were characterized, and their cavitation-erosion resistance was detd. Al2O3-Y2O3 composite powder coatings produced a large grained equiaxed structure of Al2O3 phases, with fine elongated Y2O3 ppts. and Y2O3-Al2O3 garnet phases. Al2O3 coatings with 3-5 wt.% Y2O3 addns. significantly increased the hardness and resistance to cavitation-erosion environments.

Accession No: 6046150 INSPEC ABSTRACT No: A9822-6855-033

Author(s): Esparza, A.; Garcia, M.; Falcony, C.

Corp Source: Dept. de Fisica, Centro de Investigación y de Estudios Avanzados, IPN,

Mexico City, Mexico

41 \* • 0

Title: Structural and photoluminescent characteristics of yttrium-aluminum oxide films

doped with Tb,Eu or Ce

Source: Thin Solid Films, vol.325, no.1-2 p. 14-18

ISSN: 0040-6090 CODEN: THSFAP Publication: Switzerland Language: English

Publisher: Elsevier Year: 18 July 1998

Copyright No: 0040-6090/98/\$19.00

Treatment: X Experimental Record Type: Journal Paper

ABSTRACT: The structural and room temperature luminescent characteristics of rare earth doped yttrium-aluminum oxide films deposited by the spray pyrolysis technique at low temperatures have been studied as a function of the deposition parameters such as substrate temperature and dopant concentration. The spraying solution is prepared by mixing yttrium and aluminum chlorides in water, and the incorporation of the rare earth dopants is achieved by adding chloride salts of these elements to this solution. The photoluminescent emission from Tb- and Eu-doped films have the spectral characteristics typical of radiative transitions among the electronic energy levels associated with the 3+ionized states of these atoms. The Ce doped films, on the other hand, present a blue emission that is associated with transitions within the energy states of the CeCl/sub 3/ molecule used for the doping process of the film. The X-ray diffraction measurements of these films indicated poor crystallinity in general, with small crystalline peaks and a broad amorphous component that tend to be reduced as the deposition temperature is increased (15 Refs.)

Accession No: 1327552 INSPEC ABSTRACT No: A79034025

Author(s): Korotkov, N.A.; Zaitsev, A.A.; Lazarev, E.M.

Title: Electron diffraction study of phase transformations in thin films of Y/sub 2/O/sub

3/-Al/sub 2/O/sub 3/

Source: Izvestiya Akademii Nauk SSSR, Metally, no.4 p. 251-5

ISSN: 0568-5303 CODEN: IZNMAQ Publication: USSR

Translated In: Russian Metallurgy

ISSN: 0036-0295 CODEN: RMLYAO

Country: UK

Language: English Year: July-Aug. 1978

Treatment: X Experimental Record Type: Journal Paper

ABSTRACT: Investigates the phase transformations in the Y/sub 2/O/sub 3/-Al/sub 2/O/sub 3/ oxide system with a view to its use in heat-resistant coating materials and ceramic and semiconductor technology. In the thin yttrium-aluminium oxide films with all the different compositions under consideration at 900 degrees C initially in contact between the oxides, a YAlO/sub 3/ compound is formed and then a Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound. The YAlO/sub 3/ compound is shown by electron diffraction to be stable and in equilibrium with the Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound at 900-1000 degrees C but to dissociate at 1050 degrees C into Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ and Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/. The Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound dissociates into Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/ and yttrium sesquioxide at 1200-1300 degrees C. In the thin films the Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/ compound is formed from solid Y/sub 2/O/sub 3/ and Al/sub 2/O/sub 3/ oxides of all compositions at 1050 degrees C and is stable over the whole temperature range under consideration (20-1400 degrees C) (8 Refs.)

00499604/7
FN- DIALOG(R)File 103:Energy SciTec|
CZ- (c) 2001 Contains copyrighted material. All rts. reserv.|
AN- <DIALOG> 00499604|
AN- <EST> AIX-10-444655^EDB-79-073704|
TI- <Analytic> Electron diffraction investigation of phase transformations in thin Y/sub 2/O/sub 3/-Al/sub 2/O/sub 3/ films|
AU- <Analytic> Korotkov, N.A.| Zajtsev, A.A.| Lazarev, E.M.|
SO- <JN> Izv. Akad. Nauk SSSR, Met. (USSR)|
SO- <VO> 4|
CO- IZNMA|
SO- <PY> Jul-Aug 1978|
SO- <Page Range> 251-255|
LA- Russian|

ABSTRACT AB- Studied have been the phase transformations in the Y/sub 2/O/sub 3/-Al/sub 2/O/sub 3/ system. This system is promising for the heat-resistant coating materials and for the ceramic and semi-conductor technology. The electron diffraction phase analysis method has been used. The data obtained have shown that in the thin yttrium-aluminium oxide films of all the researched compositions at 900 deg C, the YAlO/sub 3/ compound is formed, in the contact between the aluminium and yttrium oxides, first, then the Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound is formed. Judging by the electron-diffraction data, the YAlO/sub 3/ compound is stable and is in equilibrium with the Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound in the 9O0-1000 deg C range. However, at 1050 deg C it decays into Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ and Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/. The Y/sub 4/Al/sub 2/O/sub 9/ compound decays into Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/ and the sesquioxide of yttrium at 12O0-1300 deg C. In thin films, the Y/sub 3/Al/sub 5/O/sub 12/ compound is formed from the Y/sub 2/O/sub 3/ and Al/sub 2/O/sub 3/ solid oxides of any composition at 1050 deg C. This formation is stable in the researched temperature range (20-140 deg C).||